

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00130068.7

[43] 公开日 2001 年 5 月 9 日

[11] 公开号 CN 1294028A

[22] 申请日 2000.10.26 [21] 申请号 00130068.7

[30] 优先权

[32] 1999.10.29 [33] JP [31] 308010/1999

[71] 申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72] 发明人 水谷范昭 松本行弘

坂元一彦 真田健次

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司

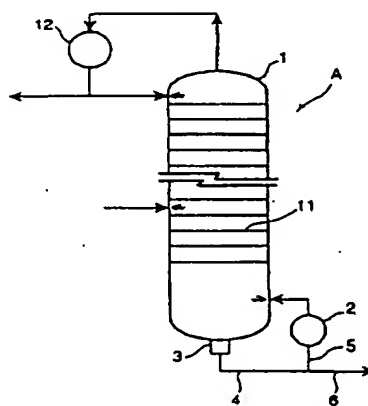
代理人 姜丽楼

权利要求书 3 页 说明书 10 页 附图页数 3 页

[54] 发明名称 蒸馏装置和蒸馏方法

[57] 摘要

一种蒸馏装置设置蒸馏塔,再沸器,用于使液体从蒸馏塔的底部排放的底部出液管和一个设置在蒸馏塔的底部和底部出液管之间的罐,部分排出液被排放到蒸馏装置的外部,而其余的被流到再沸器,所述的罐的横截面积小于蒸馏塔的横截面积,但大于底部出液管的横截面积。



ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版

BEST AVAILABLE COPY

权 利 要 求 书

5 1. 一种蒸馏装置，它包含：
 一个蒸馏塔；
 一个底部出液管，用于使液体从蒸馏塔的底部流到蒸馏塔的外部；
 一个罐部分，设置在蒸馏塔的底部和底部出液部分之间，所述的罐
10 部分其横截面积小于蒸馏塔的横截面积，并大于底部出液部分的横截面积。

 2. 如权利要求 1 所述的蒸馏装置，还包含一个再沸器，其中底部
 出流部分由单个出流管限定，一部分底部液体通过底部出流管排放到
 蒸馏塔的外部，而其余的部分流到再沸器，罐部分具有满足形式条件 (a)
 和 (b) 的罐：

15 (a) $S1/S2 = (0.02-0.5)$

 (b) $S1/S3 = (1-20)$

 式中 S1 表示罐的横截面积，S2 表示蒸馏塔的横截面积，S3 表示底
 部出流管的横截面积。

20 3. 如权利要求 2 所述的蒸馏装置，其特征是所述的蒸馏装置具
 有蒸馏一种容易聚合的化合物的能力。

 4. 如权利要求 3 所述的蒸馏装置，其特征是容易聚合的化合物
 包括 (甲基) 丙烯酸和/或它的酯。

 5. 如权利要求 1 所述的蒸馏装置，还包括一个再沸器，其中底
 部出流部分包括：

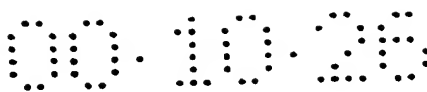
25 一个再循环管，用于将部分底部液体流到再沸器；

 一个排放管，用于将多余的底部液体排放到蒸馏装置的外部；

 所述的罐部分具有一个设置在蒸馏塔的底部和排放管与再循环管之
 间的罐，所述的管满足下述的条件 (a) 和 (b)：

 (a) $S1/S2 = (0.02-0.5)$

30 (b) $S1/S4, S1/S5 = (1-20)$



式中，S1 表示罐的横截面积，S2 表示蒸馏塔的横截面积，S4 表示排放管的横截面积，S5 表示再循环管的横截面积。

6. 如权利要求 5 所述的蒸馏装置，其特征是所述的蒸馏装置具有蒸馏一种容易聚合的化合物的能力。

7. 如权利要求 6 所述的蒸馏装置，其特征是容易聚合的化合物包括（甲基）丙烯酸和/或它的酯。

8. 如权利要求 1 所述的蒸馏装置，还包括再沸器，其中：
底部出流部分包括一个再循环管，用于将部分底液流到再沸器；
一个排放管，用于将其余的底液排放到蒸馏装置的外部；
所述的罐包括：

一个设置在蒸馏塔的底部和排放管之间的第一罐；及
一个设置在蒸馏塔的底部和再循环管之间的第二罐；
所述的第一和第二罐满足下述的条件（a）和（b）：

（a） $(S1(A) + S1(B)) / S2 = (0.02 - 0.5)$

（c） $S1(A) / S4, S1(B) / S5 = (1 - 20)$

式中，S1（A）表示连接排放管的第一罐的横截面积，S1（B）表示连接再循环管的第二罐的横截面积，S2 表示蒸馏塔的横截面积，S4 表示排放管的横截面积，S5 表示再循环管的横截面积。

9. 如权利要求 8 所述的蒸馏装置，其特征是所述的蒸馏装置具有蒸馏容易聚合的化合物的能力。

10. 如权利要求 9 所述的蒸馏装置，其特征是容易聚合的化合物包括（甲基）丙烯酸和/或它的酯。

11. 一种包含利用所述的蒸馏装置对容易聚合的化合物进行蒸馏的步骤的蒸馏方法，所述的装置包含：

一个蒸馏塔；

一个底部出流部分，用于使液体从蒸馏塔的底部流到蒸馏塔的出液口；和

一个设置在蒸馏塔的底部和底部出液部分之间的罐，所述罐的横截面积小于蒸馏塔的横截面积。

12. 如权利要求 11 所述的蒸馏方法，其特征是使蒸馏塔内的液位

保持在位于蒸馏塔底部的塔头面的上和下端之间。

13. 如权利要求 12 所述的蒸馏方法,其特征是在罐内的液体以 $0.03-1\text{ m/s}$ 的线性速度流动。

14. 如权利要求 11 所述的蒸馏方法,其特征是在罐内的液体以 $0.03-1\text{ m/s}$ 的线性速度流动。

说明书

5

蒸馏装置和蒸馏方法

本发明涉及蒸馏装置和蒸馏方法。尤其是，本发明属于适合于蒸馏容易聚合的化合物，例如（甲基）丙烯酸装置和方法。

10 可聚合化合物，例如（甲基）丙烯酸的蒸馏趋于产生可能引起阻塞管道的聚合物。通常，可以将聚合作用阻聚剂或分子氧添加到化合物中，以阻止这种聚合作用。

然而，在蒸馏塔的底部，温度一般比较高，所以如果液体在蒸馏塔的底部的保留时间加长就容易出现聚合作用途径。当生产聚合物时，就要停止蒸馏塔的操作，用化学处理或人工操作的方法来除去聚合物。

15 一种阻止聚合作用的潜在的方法是缩短液体的停留时间，然而这种方法的问题是当液体在蒸馏塔内的液位降低时，在液体内部可能产生旋涡，由于旋涡引起气体的带走的原因，就很难以一种稳定的方式进行蒸馏过程。

20 在 Kister 所写的著作“蒸馏操作”一书中介绍了阻止聚合作用的其它途径。在该书的第 99 页附图 4.8 (a) 中，Kister 指出一种在蒸馏罐内保持液位的方法。然而，这种方法非常容易在蒸馏塔的较低的头引起聚合作用。另外，在该方法中蒸馏罐需要大的垂直长度，这将使建造费用增加。

25 本发明的目的在于提供一种完全解决已有技术所存在的问题的蒸馏装置和方法。

按照本发明的一个方面，一种蒸馏装置包括：一个蒸馏塔；一个底部出液部，用于使液体从蒸馏塔的底部流出蒸馏塔；一个罐部，其设置在蒸馏塔的底部和底部出液部之间，而罐部的横截面积小于蒸馏塔的横截面积，并大于底部出液部的横截面积。

30 按照本方面的其它方面，利用本方面所述的蒸馏装置可以很容易地

蒸馏可聚合的化合物，所述的蒸馏装置包含：蒸馏塔；使液体从蒸馏塔的底部流出蒸馏塔的底部出液部；和一个设置在蒸馏塔的底部和底部出液部之间并且其横截面积小于蒸馏塔的横截面积，并大于底部出液部的横截面积的罐部。

5 所述的蒸馏装置和蒸馏方法可以有效地制止蒸馏塔内的聚合作用，而不会造成气体进入液体并以一种稳定的方式进行蒸馏操作。

 恶变方面电脑诸多目的，特点和优点将结合附图并详细地阅读下述说明书后更为清楚。

10 图 1 表示按照本方面第一实施例的蒸馏装置的主要部分的截面示意图；

 图 2 表示图 1 蒸馏装置的整个结构的截面示意图；

 图 3 表示按照本方面第二实施例的蒸馏装置的主要部分的截面示意图；

15 图 4 表示按照本方面第三实施例的蒸馏装置的主要部分的截面示意图；

 图 5 表示如何将旋涡破坏器安装到罐上的示意说明图；

 图 6 表示蒸馏塔内液位的说明图。

 本发明的发明者发现上述的诸多问题可以采用在蒸馏塔的底部设置一个特殊尺寸的罐来解决，并基于这种认识完成本发明。

20 本发明的蒸馏装置包含：蒸馏塔；使液体从蒸馏塔的底部流出蒸馏塔的底部出液部；和一个设置在蒸馏塔的底部和底部出液部之间并且其横截面积小于蒸馏塔的横截面积，并大于底部出液部的横截面积的罐部。

25 尤其是，本发明的蒸馏装置包含：一个蒸馏塔，一个再沸器，一个从蒸馏塔的底部提取液体的底部出液管，一个位于蒸馏塔的底部和底部出液管之间的罐。一部分底部液体通过底部出液管排放到蒸馏装置的外面，而其余部分流到再沸器。所述的罐满足下述的条件 (a) 和 (b)：

$$(a) S1/S2 = (0.02-0.5)$$

$$(b) S1/S3 = (1-20)$$

30 式中，S1 是罐的横截面积，S2 是蒸馏塔的横截面积，S3 是底部出流管

的横截面积。

本发明的其它蒸馏装置包含：一个蒸馏塔，一个再沸器，一个用于将一部分底部液体送到再沸器的再循环管，一个将其余的底部液体排放到蒸馏装置外部的排放管，以及一个设置在蒸馏塔的底部与排放管和再循环管之间的罐。所述的罐满足下述的条件 (a) 和 (c)：

$$(a) S1/S2 = (0.02-0.5)$$

$$(c) S1/S4, S1/S5 = (1-20)$$

式中，S1 是罐的横截面积，S2 是蒸馏塔的横截面积，S4 是排放管的横截面积，S5 是再循环管的横截面积。

本发明的另一蒸馏装置包含：一个蒸馏塔，一个再沸器，一个用于将一部分底部液体送到再沸器的再循环管，一个将其余的底部液体排放到蒸馏装置外部的排放管，以及一个设置在蒸馏塔的底部和排放管之间的第一罐，和一个设置在蒸馏塔的底部和再循环管之间的第二罐。所述的第一和第二罐满足下述的条件 (a) 和 (d)：

$$(a) (S1(A) + S1(B)) / S2 = (0.02-0.5)$$

$$(d) S1(A) / S4, S1(B) / S5 = (1-20)$$

式中，S1(A) 是连接到排放管的第一罐的横截面积，S1(B) 是连接到再循环管的第二罐的横截面积，S2 是蒸馏塔的横截面积，S4 是排放管的横截面积，S5 是再循环管的横截面积。

本发明的蒸馏容易聚合的化合物方法所利用的是上述的蒸馏装置中的一种装置。在蒸馏塔内的液位可以选择性地保持在位于蒸馏塔底部的顶表面的上和下端之间。另外，在罐内的液体可以很好地以 0.03—1 m/s 的线性速度流动。

这些本发明所述的蒸馏装置在蒸馏容易聚合的化合物，例如 (甲基) 丙烯酸时，可以有效地阻止聚合作用。

本发明的装置也可以有效地阻止由于在蒸馏塔内出现的旋涡而使所产生的气体进入液体。于是，要可能使蒸馏过程以一种稳定的方式进行。因此，本发明的蒸馏装置和蒸馏方法将对工业应用提供重要的优点。

本发明的蒸馏装置特别适用于容易发生聚合的化合物。典型的容易聚合的化合物的例子是 (甲基) 丙烯酸和他们的酯，例如甲基丙烯酸甲

酯，甲基丙烯酸乙酯，甲基丙烯酸异丙酯，甲基丙烯酸 n-丙酯，甲基
丙烯酸异丁酯，甲基丙烯酸 n-丁酯和 2-甲基丙烯酸羟乙基酯，甲基
丙烯酸羟丙基酯，N,N-二甲基氨基乙基酯。在本发明的说明中“容易聚
5 合的化合物的蒸馏”是指对于这些化合物中的任何一个或混合物，或含
有任何这些混合物的液体的蒸馏。

参见图 1，按照本发明第一实施例的蒸馏装置包含，一个蒸馏塔 1，
一个再沸器 2 和用于蒸馏塔 1 的底部提取液体的底部出液管 4，以及通
过底部出液管 4 从蒸馏塔 1 的底部提取的部分液体通过用于再循环的再
循环管 5 流到再沸器 2，而其余的液体通过排放管 6 排放到蒸馏装置 A
10 的外面。还提供一个满足下述的蒸馏塔 1 的底部和底部出液管 4 之间条
件的罐 3。

$$(a) S1/S2 = (0.02-0.5) \quad (\text{最好是 } 0.05-0.4)$$

$$(b) S1/S3 = (1-20) \quad (\text{最好是 } 1.5-16, \text{ 尤其是 } 2-12)$$

其中，S1 是罐 3 的横截面积，S2 是蒸馏塔 1 的横截面积，S3 是底部出
15 液管 4 的横截面积。

如果 S1/S2 小于 0.02，可使气体依据液位的高低进入液体。相反，
如果 S1/S2 大于 0.5，则由于液体保持时间的增加聚合作用很容易出现。

另一方面，如果 S1/S3 超过 20，则保持时间变长，或在罐 3 内出现
沟道作用，于是很容易在罐 3 内引起聚合作用。如果 S1/S3 等于或小于
20 1，这对于形成罐 3 是不可能的。在考虑到流到再沸器 2 的液体量的情
形下确定底部出液管 4 的横截面积。

蒸馏装置 A 的整体结构如图 2 所示。所述的蒸馏塔 1 包含一个在其
顶部和底部具有圆形端表面的圆柱形容器以及伴随的气-液接触部件，
例如位于蒸馏塔内的多级托板上。所述的蒸馏装置还包含一个冷凝器
25 12。

液体原材料通过塔壁进入蒸馏塔 1。具有低沸点的液体原料的组分，
在蒸馏塔 1 内加热时蒸发，上升进入蒸馏塔 1 并从蒸馏塔的顶部供到冷
凝器 12。在冷凝器 12 内液体成分受到冷凝并被抽到蒸馏装置 A 的外部。
另一方面，具有高沸点的液体组分通过位于蒸馏塔 1 的底部罐 3 和底部
30 出流管 4 排出。该组分的特定部分通过再沸器 2 回到蒸馏塔 1，而余下

部分通过排放管 6 排放到外部。

按照本发明的第二实施例所述的如图 3 所示的蒸馏装置 B 包含一个蒸馏塔 1，一个再沸器 2，一个罐 3，一个用于将部分底液送到再沸器 2 的排放管 5，和排放其余的底液到蒸馏装置 B 外的排放管 6。所示的罐 5 提供在蒸馏塔 1 的底部和再循环管 5 之间，而排放管 6 从罐 3 的一侧分支出来。罐 3 满足下述的条件 (a) 和 (c)：

$$(a) S1/S2 = (0.02-0.5 \text{ (最好为 } 0.05-0.4))$$

$$(b) S1/S4, S1/S5 = (1-20) \text{ (最好为 } 1.5-16, \text{ 尤其为 } 2-12)$$

式中，S1 是罐 3 的横截面积，S2 是蒸馏塔 1 的横截面积。S4 是排放管 6 的横截面积，S5 是在循环管 5 的横截面积。

如果 $S1/S2$ 小于 0.02，在蒸馏塔的中心部位几乎观测不到液体的保持，但是液体的保持区域加大了，聚合作用很可能出现在靠近蒸馏塔 1 的低部端的表面处。相反，如果 $S1/S2$ 大于 0.5，则在罐内出现保持时间变长或沟道作用，从而在罐 3 内出现类似的聚合作用。

15 如果 $S1/S4$ 和 $S1/S5$ 每个都超过 20，则保持时间变长，或在罐 3 内出现沟道作用，由此也会引起罐 3 内的聚合作用。如果 $S1/S4$ 和 $S1/S5$ 每个是 1 或小于 1 (或 $S1$ 小于 $S4$ 或 $S5$)，则不可能形成罐 3。

如图 4 所示，根据本发明第三实施例的蒸馏装置 C 包含：一个蒸馏塔 1，一个再沸器 2，一个用于将从蒸馏塔 1 的底部排放的部分底液供 20 送到再沸器 2 的循环管 5，以及排放多余的底液到蒸馏装置 c 的外部的排放管 6。罐 3A 设置在蒸馏塔 1 的底部和排放管 6 之间，而罐 3B 设置在蒸馏塔 1 的底部和再循环管 5 之间，如图所示。这些罐 3A 和 3B 满足下述的条件 (a) 和 (b)：

$$(a) \{ S1(A) + S1(B) \} / S2 = (0.02-0.5) \text{ (最好为 } 0.05-0.4)$$

$$25 \quad (b) S1(A) / S4, S1(B) / S5 = (1-20) \text{ (最好为 } 1.5-16, \text{ 尤其是 } 2-12)$$

这里， $S1(A)$ 是与排放管 6 连接的罐 3A 的横截面积， $S1(B)$ 是与再循环管 5 连接的罐 3B 的横截面积， $S2$ 蒸馏塔 1 的横截面积， $S4$ 是排放管 6 的横截面积， $S5$ 是再循环管 5 的横截面积。

30 如果 $\{ S1(A) + S1(B) \} / S2$ 小于 0.02，则在蒸馏塔 1 的底部在

罐 3A 和 3B 上几乎观测不到液体的保持, 但液体保持区变大, 且在远离罐 3A、3B 的区域会产生聚合作用。相反的如果 $S1(A) + S1(B) / S2$ 超过 0.5, 则保持时间变大, 或在罐 3A 和 3B 中产生沟道, 结果会导致在罐 3A 和 3B 中产生聚合作用。

- 5 如果 $S1(A) / S4$ 和 $S1(B) / S5$ 每个都超过 20, 则保持时间变长, 或在罐 3A 和 3B 中产生沟道作用。结果, 在罐 3A、3B 中会产生聚合。如果 $S1(A) / S4$ 和 $S1(B) / S5$ 每个都为 1 或更小, 则无法形成罐 3A、3B。

10 在上述的蒸馏装置 A 和 B 和 C 中, 每个罐的罐壳的长度最好是 200—1000mm, 尤其为 300—800 mm。如果罐太短, 在旋涡发生时气体将进入液体, 于是很困难进行稳定方式的蒸馏操作。如果所述的罐太长, 则相反, 液体的保持时间将增加, 使聚合作用很容易发生。

15 另外, 在蒸馏装置 A, B 和 C 中最好对每个罐设置已有技术中公知的防涡器。所述的防涡器, 如果安装到蒸馏装置 A 和 B 和 C 中的每一个罐, 用于阻止由 1 旋涡所引起的气体的夹带, 并能够进行稳定的蒸馏操作。图 5 表示如何将防涡器安装到罐内的说明图。

20 在上述实施例的蒸馏装置 A, B 和 C 中, 蒸馏装置 A 特别适用于取得稳定的蒸馏操作。这是因为, 所示的蒸馏装置 A 能有效地阻止蒸馏塔 1 内的液体的聚合作用, 使得稳定的蒸馏操作能减少气体的夹带, 并提供容易制造和构造简单的装置。

利用上述的蒸馏装置 A, B 和 C 可以实施一种蒸馏方法, 该方法能通过对液体进行蒸馏有效地阻止聚合作用, 而同时保持在蒸馏塔 1 底部位于塔头面的上和下端之间的液位。

25 图 6 表示在蒸馏塔 1 内位于罐 3 上方的液位的说明图。在图 6 中, 标号 X 和 Y 分别表示在蒸馏塔 1 底部处塔头面的上和下端。H 表示沿着垂直方向测量的塔头面的上和下端部之间的距离, 而 h 表示液位。在蒸馏液体时保持蒸馏塔 1 底部塔头面的上和下端部之间的液位这意味着, 在进行蒸馏操作时保持液位满足 $0 \leq h \leq H$ 条件。液位 h 最好是 $0.2H \leq h \leq 0.8H$, 尤其是 $0.4H \leq h \leq 0.6H$ 。如果液位 h 高于蒸馏塔 1 端部的塔头面的上端部 X, 则旋涡出现的可能性较少, 但是可能发展出较大的液体

30

保留区域，容易引起聚合作用。如果液位 h 底于蒸馏塔 1 端部的塔头面的下端部 Y，则相反，在靠近蒸馏塔 1 端部的塔头面处没有液体保留区域的发展，所以可以避免聚合作用。在这种情况下，旋涡很容易发生，液流变得不稳定，这就不可能以稳定的方式进行蒸馏操作。

- 5 在该蒸馏方法中，最好使得由下述等式计算的在蒸馏塔 1 端部液体的保留时间等于或小于 120 分钟。最好，使该保留时间等于或小于 90 分钟，尤其是，最好使该保留时间等于或小于 60 分钟。

保留时间 = (在液位和底部出液管的流入之间所保持的液量) / (每分钟抽到塔外的液量)

- 10 在该蒸馏方法中，最好液体在罐 3 (3A, 3B) 中以 0.03—1 m/s 的线性速度流动。如果液体的线性速度低于 0.03 m/s，则脏物很可能粘到罐 (3A, 3B) 上，这将很容易引起聚合作用。相反，如果液体的线性速度超过 1 m/s，旋涡很可能出现，使液体的流动变得不稳定，这就不可能以稳定的方式进行蒸馏操作。

- 15 安装上述实施例的蒸馏装置 A, B 和 C，设置在蒸馏塔 1 的底部的罐 3 (3A, 3B) 通过减低保留在蒸馏塔 1 下部的液体的量来缩短液体的保留时间，从而阻止在蒸馏塔 1 底部具有最高温度部位的聚合作用。结果，可能执行稳定方式的蒸馏操作。

- 20 在传统的蒸馏装置中，在液体的保留时间增加时将加速液体的聚合作用。这将引起泵浦粗滤器的阻塞，或连接到再沸器的再循环管路的阻塞，使操作蒸馏装置成为不可能。如果气体进入到位于蒸馏塔的下部的靠近出液口的液体中，则循环到再沸器的液量将要下降，这将使蒸馏塔的热交换性能变坏以及造成泵内的空化作用。因此，就不可能顺流运送液体。

- 25 通常，没有一种方法可使蒸馏塔塔身内的液位保持在它的较低的塔头面上以此来阻止气体进入与再沸器相连接的在循环管路内。然而，在蒸馏装置 A, B 和 C 内，设置在蒸馏塔 1 的底部的罐 3 (3A, 3B) 起着降低保留在蒸馏塔 1 的下面部位的液量的作用，并解决气体进入的问题和阻止液体的聚合作用，从而能进行稳定的蒸馏操作。

- 30 利用本发明的蒸馏装置所获得的蒸馏测试结果将用比较例在下面说

明。

例 1

利用图 1 所示的蒸馏装置蒸馏丙烯酸。

内径为 1200mm 的蒸馏装置，其中所提供的罐的测量内径为 500 mm，高度为 500 mm，底部出液管的测量内径为 300 mm。在所示的蒸馏装置中， $S1/S2 = 0.174$ ， $S1/S3 = 2.778$ 。

内含重量百分比为 85% 的丙烯酸和重量百分比为 14% 的乙酸的液体以 2500 kg/s 的速度从蒸馏塔内从以垂直的方式安置有 30 个塔盘的组装件的中部加入到蒸馏塔内。蒸馏塔顶部的压力保持在 5.33 kpa (40mmHg)，蒸馏塔顶部的温度在蒸馏操作时为 44°C。液体在罐内的线性速度是 0.2m/s，液体在罐内的保留时间是 11 分钟。使液位 (h) 等于在蒸馏塔的顶部处塔头面的二分一的高度 (H)，即， $(h=0.5H)$ 。

对苯二酚作为聚合作用的阻聚剂。从蒸馏塔的顶部加入阻聚剂，其加入量为在蒸馏塔的顶部将取得 100ppm 的蒸气浓度。同样，一定量的含氧气体从蒸馏塔的底部加入蒸馏塔内。

利用上述的装置连续进行蒸馏操作一个月，停止后进行检测。在整个一个月內蒸馏塔以稳定的方式操作，没有发生任何问题。在经过一个月的操作之后，对蒸馏塔的内部以及粗滤器进行检测，实际上没有检测到聚合物。

例 2

利用具有内径为 1200mm，其中罐的测量内径为 300mm，顶部出液管的测量内径为 250mm 的蒸馏装置 A 对丙烯酸进行蒸馏。在所述的蒸馏装置中， $S1/S2 = 0.063$ ， $S1/S3 = 1.44$ 。

具有与上述例 1 相同组分的液体加到蒸馏装置，并在与例 1 相同的蒸馏条件下进行蒸馏操作。

利用所述的装置使蒸馏操作连续进行 33 天，没有出现任何问题，停止操作后进行检测。

比较例 1

利用没有设置任何罐的蒸馏塔对丙烯酸进行蒸馏。所述的蒸馏塔的内径为 800mm，它的底部出流管的测量内径为 100mm。

内含重量百分比为 85% 的丙烯酸和重量百分比为 14% 的乙酸的液体以 1100 kg / s 的速度从蒸馏塔内以垂直的方式安置有 25 级塔盘的中部加入到蒸馏塔内。蒸馏塔顶部的压力保持在 5.33 kpa (40mmHg), 蒸馏塔顶部的温度在蒸馏操作时为 44°C。使液位 (h) 等于在蒸馏塔的顶部处塔头面的二分之一的的高度 (H), 即, ($h=1.5H$)。

对苯二酚作为聚合作用的阻聚剂。从蒸馏塔的顶部加入阻聚剂, 其加入量为在蒸馏塔的顶部将取得 100ppm 的蒸气浓度。同样, 一定量的含氧气体从蒸馏塔的底部加入蒸馏塔内。

利用上述的装置连续进行蒸馏操作 16 天, 在整个 16 天内蒸馏塔以连续的方式操作。在经过 16 天的连续操作之后, 经检测发现, 由于在塔盘上和蒸馏塔顶部的塔头面处形成大量的聚合物, 从而使蒸馏塔不能工作。并在粗滤器也发现大量的聚合物。

比较例 2

利用在蒸馏塔的底部具有罐的蒸馏塔对丙烯酸进行蒸馏。在所述的蒸馏装置中, 值 $S1/S2 > 0.5$ 。

所述的蒸馏塔其内径为 1200mm。罐的测量内径为 900mm, 高度为 500mm, 而连接到底部罐的底部出液管的测量内径为 300mm. 在所述的蒸馏塔内, $S1/S2 = 0.563$, $S1/S3 = 9.000$ 。

一种具有与上述例 1 相同组分的液体加入蒸馏塔, 并在与例 1 相同的蒸馏条件下进行蒸馏操作。

采用所述的装置, 不可能连续 13 天操作蒸馏塔。

比较例 3

利用在蒸馏塔的底部具有罐的蒸馏塔对丙烯酸进行蒸馏。在所述的蒸馏装置中, 值 $S1/S23 > 20$ 。

所述的蒸馏塔其内径为 1200mm。罐的测量内径为 500mm, 高度为 500mm, 而连接到底部罐的底部出液管的测量内径为 100mm. 在所述的蒸馏塔内, $S1/S2 = 0.174$, $S1/S3 = 25.000$ 。

一种具有与上述例 1 相同组分的液体加入蒸馏塔, 并在与例 1 相同的蒸馏条件下进行蒸馏操作。采用所述的装置不可能连续地 14 天操作所述的蒸馏塔。

表 1 表示用上述的例 1 和例 2, 以及比较例 1, 2 会所获得的实验数据。

表 1

| | 例 1 | 例 2 | 比较例 1 | 比较例 2 | 比较例 3 |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 蒸馏塔内径 (mm) | 1200 | 1200 | 800 | 1200 | 1200 |
| 罐内径 (mm) | 500 | 300 | 100 | 900 | 500 |
| 罐高度 (mm) | 500 | | | 500 | 500 |
| 底部出流管内径 (mm) | 300 | 250 | 100 | 300 | 100 |
| S1/S2 | 0.174 | 0.063 | 0.016 | 0.563 | 0.174 |
| S1/S3 | 2.778 | 1.44 | 1.000 | 9.000 | 25.000 |
| 罐内线速度 (mm/s) | 0.2 | | | | |
| 保留时间 (min.) | 11 | | | | |
| 操作时间 | 1 月后 | 33 天后 | 16 天后 | 13 天后 | 14 天后 |
| | 检测 | 检测 | 不能操作 | 不能操作 | 不能操作 |

- 5 如上述表 1 所示, 在比较例 1 中约一个月或不到一个月的连续操作后不能操作蒸馏塔, 例中值 S1/S2 不落在 0.02—0.5 的范围内, 而值 S1/S3 不落在 1—20 的范围内, 在比较例 2 中, 值 S1/S2 不落在 0.02—0.5 的范围内, 在比较例 3 中, 值 S1/S3 不落在大于 1—20 的范围内。相反, 例 1 和 2 的蒸馏装置, 其中, 值 S1/S2 和值 S1/S3 落在上述的范围内, 可以连续地操作一个月或一个月以上。

10 本申请是基于日本的专利申请 NO. 11—308010, 该申请的内容在本文中予以参考。

- 15 在不偏离本发明的基本特征的精神下, 可以有多种的形式实施本发明, 所以本实施例只是举例说明, 而不是对它的限制。本发明的范围由所属的权利要求限定, 而不是由上述的说明书限定, 所有的落在权利要求书所界定范围内的改变或者等效的替换均属于权利要求书所保护的范

说明书附图

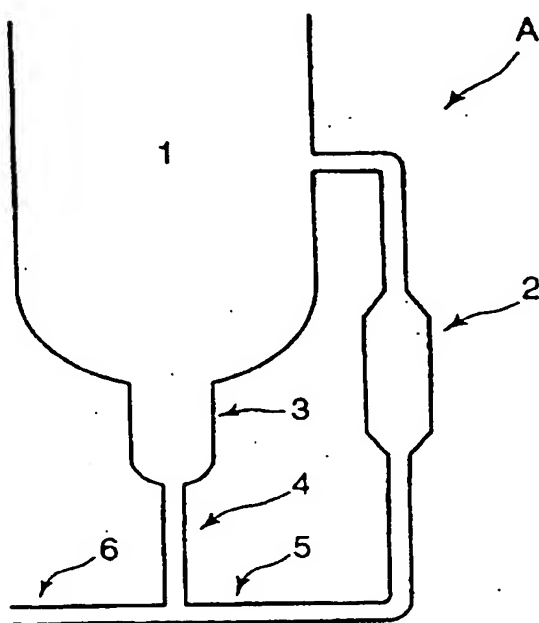


图 1

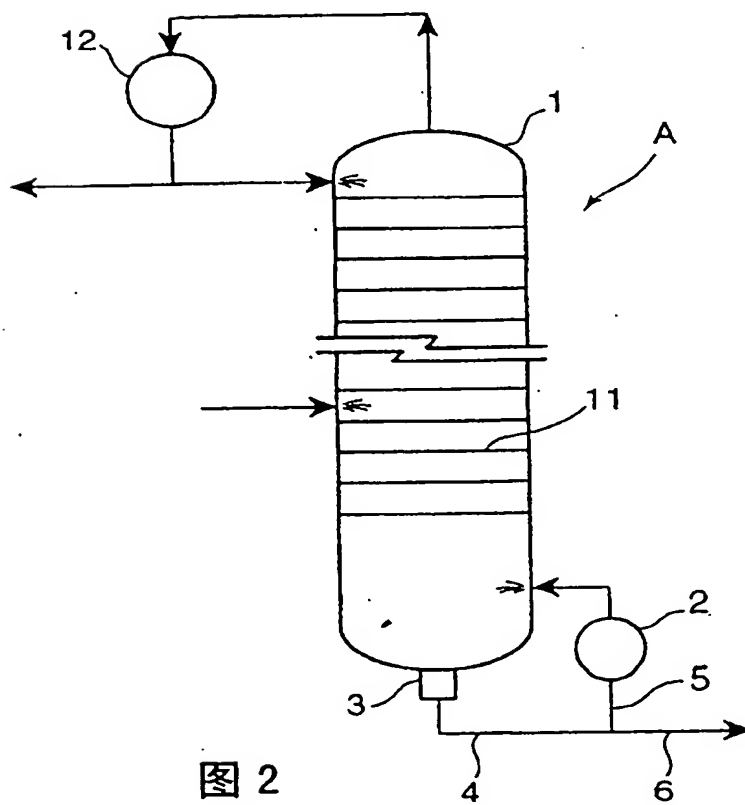


图 2

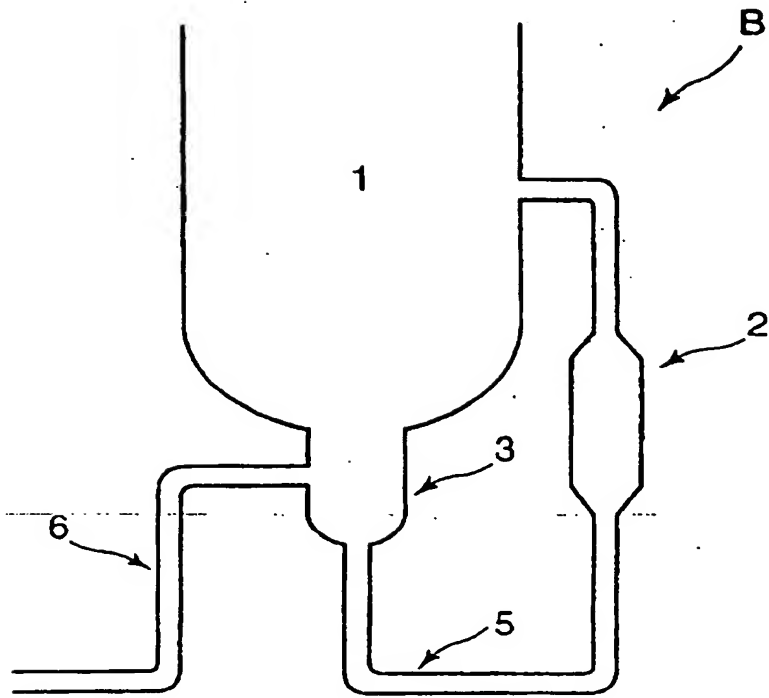


图 3

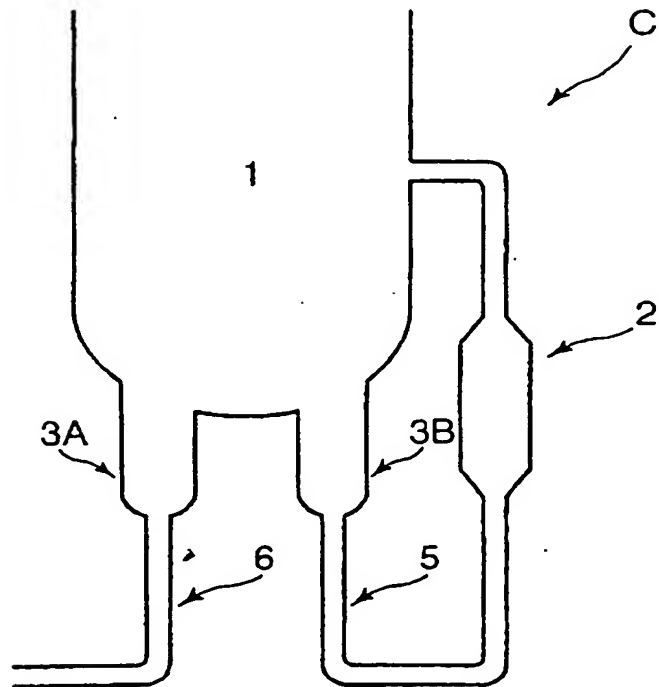


图 4

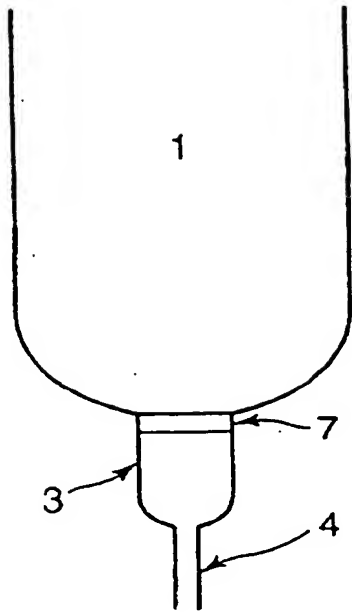


图 5

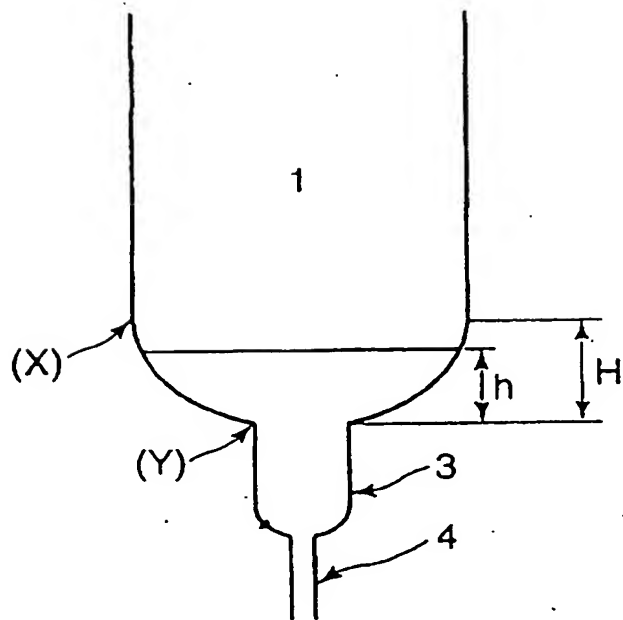


图 6

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.